

形变及热处理对825合金管材晶界特征分布的影响*

赵清¹⁾ 夏爽¹⁾ 周邦新¹⁾ 白琴¹⁾ 苏诚²⁾ 王宝顺²⁾ 蔡志刚²⁾

1) 上海大学材料科学与工程学院, 上海 200072

2) 浙江久立特材科技股份有限公司, 湖州 313008

摘要 采用工厂生产线上的冷拔机对镍基825合金管材进行冷拔加工后再退火, 进行晶界工程(GBE)处理. 利用EBSD和取向成像显微技术(OIM)研究了不同冷拔变形量和不同退火温度对825合金晶界特征分布(GBCD)的影响. 结果表明, 合金在冷拔变形5%, 1050℃退火10 min时, 低 Σ 重合位置点阵(Σ CSL, coincidence site lattice, $\Sigma \leq 29$)晶界的比例可提高到75%以上(Palumbo-Aust标准), 同时形成大尺寸的“互有 $\Sigma 3$ 取向关系晶粒的团簇”显微组织($n=1, 2, 3, \dots$). 随着再结晶退火前冷拔变形量的增加, 晶粒团簇的尺寸减小, 同时低 Σ CSL晶界的比例也下降, 并且低 Σ CSL晶界的比例随晶粒尺寸的增加而下降. 当合金经过5%的冷拔变形后, 在1050~1125℃退火处理10 min时的晶界特征分布无明显变化, 退火温度对合金的低 Σ CSL晶界比例影响较小; 当经过3%, 7%和10%的冷拔变形后, 合金的低 Σ CSL晶界比例随着退火温度的升高不断下降.

关键词 镍基825合金, 晶界特征分布, 低 Σ CSL晶界, 晶粒尺寸

中图法分类号 TG174.2

文献标识码 A

文章编号 0421-1961(2015)12-1465-07

EFFECT OF DEFORMATION AND THERMOMECHANICAL PROCESSING ON GRAIN BOUNDARY CHARACTER DISTRIBUTION OF ALLOY 825 TUBES

ZHAO Qing¹⁾, XIA Shuang¹⁾, ZHOU Bangxin¹⁾, BAI Qin¹⁾, SU Cheng²⁾, WANG Baoshun²⁾,
CAI Zhigang²⁾

1) School of Materials Science and Engineering, Shanghai University, Shanghai 200072

2) Zhejiang Jiuli Hi-Tech Metals Co. Ltd., Huzhou 313008

Correspondent: XIA Shuang, associate professor, Tel: (021)56337934, E-mail: xs@shu.edu.cn,

Supported by National Basic Research Program of China (No.2011CB610502) and Shanghai Science and Technology Commission Key Support Project (No.13520500500)

Manuscript received 2015-03-02, in revised form 2015-05-22

ABSTRACT Alloy 825 is widely used for chemical and petrochemical applications due to its good combination of mechanical properties and corrosion resistance. However, intergranular corrosion (IGC) is one of the serious problems for alloy 825 exposed to aggressive environments, which could result in unexpected failures and lead to huge losses. The grain boundary structure, which can partly be described by coincidence site lattice (CSL) model, can influence the grain boundary chemistry and the susceptibility to intergranular corrosion. The field of grain boundary engineering (GBE) has developed a lot over the last two decades since the concept of grain boundary design was proposed. The aim of GBE is to enhance the grain-boundary-related properties of materials by increasing the frequency of low Σ CSL ($\Sigma \leq 29$) grain boundaries (GBs) and tailoring the grain boundary network. It was reported that in some fcc materials with low stacking fault energy, such as Ni-based alloys, lead alloys, austenitic stain-

* 国家重点基础研究发展计划项目 2011CB610502 和上海市科委重点支撑项目 13520500500 资助

收到初稿日期: 2015-03-02, 收到修改稿日期: 2015-05-22

作者简介: 赵清, 女, 1990年生, 硕士生

DOI: 10.11900/0421.1961.2015.00124

less steels and copper alloys, the frequency of low Σ CSL GBs can be greatly increased by using proper thermomechanical processing (TMP), and as a result the grain boundary related properties were greatly enhanced. In this work, GBE is applied to the manufacture of Ni-based alloy 825 tubes by cold drawing using a draw-bench on a factory production line and the subsequent annealing. The effect of thermomechanical processing on the grain boundary character distribution (GBCD) of alloy 825 was studied by means of the EBSD technique and orientation image microscopy (OIM). The results show that the proportion of low Σ CSL grain boundaries increase to more than 75% by the TMP after 5% cold drawing and subsequent annealing at 1050 °C for 10 min, and simultaneously the large-size highly-twinned grain-cluster microstructure is formed. The size of the grain-cluster and proportion of low Σ CSL grain boundaries decrease with the increase of pre-strain. The proportion of low Σ CSL grain boundaries decreases with the increase of the mean grain size. The annealing temperatures in the range of 1050~1125 °C have no obvious effect on the GBCD of the specimen with 5% cold drawing deformation; while the proportions of low Σ CSL GBs of the sample with 3%, 7% and 10% cold drawing deformation decrease with the increase of annealing temperature.

KEY WORDS Ni-based alloy 825, grain boundary character distribution, low Σ CSL grain boundary, grain size

镍基 Incoloy825 合金是 1952 年 Inconel 公司开发的一种 Ti 稳定化的 Ni-Fe-Cr-Mo-Cu 固溶强化合金. 由于其具有良好的耐应力腐蚀开裂性能、耐缝隙腐蚀性能、较好的抗氧化性和非氧化性热酸性性能, 已在机械、化工、电子、锅炉、环保、航空、仪器仪表等工业设备中被广泛采用^[1,2]. 随着经济的快速发展, 工业生产对设备及部件的要求不断提高, 进一步提高材料的各种性能成为需要关注的问题.

晶界作为多晶体材料的重要结构特征之一, 对材料的性能有着重要的影响. 材料的许多性质都与晶界的特性密切相关, 如材料中发生的晶界扩散^[3]、腐蚀^[4]、晶间断裂^[5]、滑移^[6]、偏聚^[7]等都受到晶界结构的影响. 低 Σ 值重合位置点阵(coincidence site lattice, CSL)晶界被认为结构有序度高, 能量较低, 具有优于随机晶界的性能. 为了优化和提高材料的性能, Watanabe^[8]提出了“晶界设计与控制”这一概念, 后被研究人员^[9-12]发展为晶界工程(GBE)研究领域, 即通过合适的形变和热处理工艺来提高特殊结构晶界的比例, 控制晶界网络分布, 从而显著改善与晶界有关的多种性能.

GBE 技术可以显著提高材料与晶界有关的性能, 而不改变化学成分. Lehockey 等^[11]采用小形变量冷加工结合 975~1200 °C 的退火工艺对 625, V-57 和 738 合金进行了处理, 最终得到相较于传统合金 3 倍的低 Σ CSL 晶界比例, 提高了合金的耐腐蚀、抗蠕变和抗疲劳性能. Thomson 和 Randle^[13]对 Ni200 合金变形 6%~7% 后, 在 750 °C 分别退火 12, 21.5, 24 和 26.5 h, 发现退火处理 24 h 后合金中的低 Σ CSL 晶界比例提高, 获得了大量的 $\Sigma 3$ 退火孪晶, 有效阻止了晶间裂纹的传播. Fang 等^[14]对 304 不锈钢冷轧变

形 6% 后, 分别在 900 °C 退火 1, 2 和 3 h, 得到的低 Σ CSL 晶界比例分别为 47.5%, 57.1% 和 72.4%. Xia 等^[15]将冷拔 7% 的 690 合金管材在 1100 °C 退火处理 5 min, 低 Σ CSL 晶界比例提高到 75%, 耐晶间腐蚀性能大幅提高. Kumar 等^[16]将 600 合金变形 20% 后, 在 1000 °C 退火 15 min, 并将这一形变及热处理工艺重复进行 7 次, 得到的低 Σ CSL 晶界比例达到 70%, 且随机晶界网络被特殊晶界阻断. 丁霞和陈文觉^[17]将冷轧 5% 的 316 不锈钢在 1050 °C 退火 30 min 后, 低 Σ CSL 晶界比例超过 80%.

虽然关于提高材料低 Σ CSL 晶界比例的工艺方法已有大量研究报道, 但是, 不同的材料采用的形变及热处理工艺参数不同, 对晶界特征分布(grain boundary character distribution, GBCD)的影响也不同, GBE 处理时工艺参数对 GBCD 的影响需要进一步认识. 因此, 要想将 GBE 技术应用在实际生产中, 就必须要结合工厂实际生产, 研究提高材料低 Σ CSL 晶界比例的工艺方法, 使研究成果的推广与目前工业生产的工艺参数衔接. 本工作利用工厂的生产设备对镍基 825 合金管材进行不同变形量的冷拔加工及退火处理, 借助电子背散射衍射(EBSD)技术研究冷拔变形及热处理工艺对 825 合金特殊结构晶界比例及晶界网络分布特征的影响.

1 实验方法

实验材料为镍基 825 合金管材, 其化学成分(质量分数, %)为: Cr 21.5, Fe 22.00, C 0.01, Al 0.20, Ti 0.90, Si 0.45, Mo 3.00, Mn 0.80, Cu 2.25, S 0.015, P 0.025, Ni 余量. 首先对固溶处理后的管材样品在工厂的 YLB-B-5/20-15 冷拔机上分别进行 3%, 5%, 7% 和 10% 的冷拔加工变形, 然后统一将不同冷拔

变形的样品分别在 1050, 1075, 1100 和 1125 °C 退火 10 min, 加热结束后迅速将样品淬火. 本工作采用小形变量冷加工结合高温(相当于固溶温度)短时退火工艺, 能够与工厂的生产工艺参数相衔接.

采用电解抛光方法制备试样, 电解液成分为 20% HClO_4 +80% CH_3COOH (体积分数), 用 30 V 直流电源在室温下抛光约 90 s. 接着采用 HNO_3 : HCl : H_2O =1:1:1 (体积比)的刻蚀剂对样品进行金相刻蚀, 刻蚀约 5~10 s, 显示出晶界. 利用配备在 CamScanner Apollo300 热场发射枪扫描电子显微镜(SEM)中的 HKL-EBSD 附件对样品表面微区逐点逐行进行扫描, 扫描步长为 3 μm , 扫描区域为 1050 μm ×660 μm , 收集并标定背散射电子 Kikuchi 衍射花样, 经系统处理后得到一系列晶体学信息. 测试结果采用 HKL-Channel5 软件分析处理, 测量系统采用 Palumbo 和 Aust 标准^[18] ($\Delta\theta_{\max}=15^\circ\Sigma^{-5/6}$, 其中, $\Delta\theta_{\max}$ 指实验中实际测量 CSL 取向关系与标准几何意义上的 CSL 取向关系之间的最大偏差角度)确定晶界类型. 采用 VHX-100 数码金相显微镜(OM)对刻蚀后的样品表面进行观察.

2 实验结果与讨论

图 1 分别为镍基 825 合金管材固溶态 OM 像、不

同类型晶界分布图和晶粒取向分布图. 利用 HKL-Channel5 软件中的等效圆直径法统计样品的平均晶粒尺寸为 10.5 μm (本工作中, 计算晶粒尺寸时, 将孪晶统计在内). 该固溶管材低 Σ CSL 晶界的比例为 43.4% (长度分数, 下同), 其中绝大部分都是 $\Sigma 3$ 孪晶界, 为 41.6%; 而多重孪晶界 $\Sigma 9$ + $\Sigma 27$ 为 1.4%, 比例很低.

对分别经过不同的小形变量冷拔加工及不同温度短时间退火处理后的 825 合金进行 EBSD 测定, 不同低 Σ CSL 晶界比例随冷拔加工变形量及退火温度的变化如图 2 所示. 可以看到, GBE 处理后, 样品的低 Σ CSL 晶界比例较固溶样品得到显著的提高, 其中除了 10% 冷拔变形后分别在 1050~1125 °C 退火处理的样品, 其余样品的低 Σ CSL 晶界比例均达到 70.0% 以上, $\Sigma 3$ 晶界比例超过 60.0%, 而 10% 冷拔变形后分别在 1050~1125 °C 退火处理样品的低 Σ CSL 晶界比例也占 60.0% 左右, $\Sigma 3$ 晶界比例超过 50.0%. 无论是低 Σ CSL 晶界比例较高的 3% 冷拔变形后 1050 °C 退火样品, 还是较低的 10% 冷拔变形后 1125 °C 退火样品, 其低 Σ CSL 晶界中都主要是 $\Sigma 3$ 晶界, 占总体低 Σ CSL 晶界的 87.0% 左右, 其次是多重孪晶界 $\Sigma 9$ 和 $\Sigma 27$, 其它低 Σ CSL 晶界含量很少, 说明小变形量冷拔后, 样品经高温短时间再结晶退火可

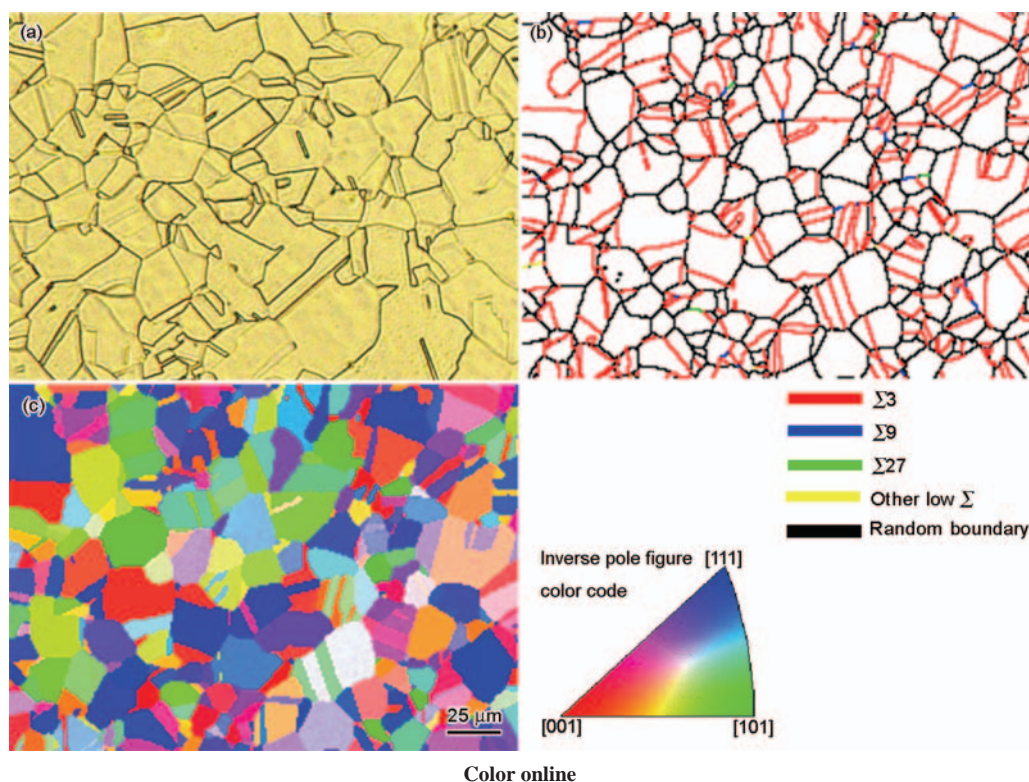


图 1 固溶态 825 合金管材的 OM 像、晶界分布图和晶粒取向分布图

Fig.1 OM image (a), distribution of grain boundaries (b) and orientation distribution of grains (c) of solution annealed 825 alloy tube

得到高比例的退火孪晶,但随着退火前冷拔变形量的增加, $\Sigma 3$ 晶界的比例不断下降. 10%冷拔变形后1125 °C退火处理样品的 $\Sigma 3$ 晶界比例仅为53.7%,明显低于其它几组变形退火样品中的 $\Sigma 3$ 晶界比例. 其次,对于经3%冷拔变形的样品,在1050 °C退火处理后的低 Σ CSL晶界比例明显高于更高温度退火处理后样品的晶界比例;经10%冷拔及1125 °C退火处理后样品的低 Σ CSL晶界比例明显低于其它变形量样品退火处理后的晶界比例;而经5%冷拔变形及不同温度退火处理后各样品的低 Σ CSL晶界比例基本相同,但是经5%冷拔变形及退火样品的低 Σ CSL晶界比例明显高于经7%或10%冷拔及退火样品. 因此,对于本工作中的825合金管材,5%冷拔变形及不同温度退火处理10 min是比较理想的GBE处理方法,样品的低 Σ CSL晶界比例能够提高到75.0%以上,且受退火温度的影响较小. 当然合理的GBE处理运用的形变及退火工艺也与原始显微组织状态有关^[19,20],如原始晶粒尺寸、碳化物析出状态、织构等. 此外,从图2c可以看出,当对825合金冷拔变形3%,在1050 °C退火10 min后,样品获得的低 Σ CSL晶界比例最高,且随着退火温度的升高,低 Σ CSL晶

界比例呈下降趋势. 一方面是由于在GBE处理过程中,形变量越小的样品在随后的退火过程中再结晶形核密度就越低,可供晶核长大的潜在空间就越大,再结晶前沿晶界迁移扫除形变基体时不断产生退火孪晶,有利于形成高比例的低 Σ CSL晶界;另一方面,由于在高于1050 °C处理时,高温条件促进了晶粒的长大(图2d),再结晶完成后,在晶粒长大过程中,一般大角晶界发生迁移而扫除了已有的低 Σ CSL晶界,从而使低 Σ CSL晶界比例有所下降.

中低层错能fcc金属经过GBE处理后,晶界网络的显著特征是形成了大量的退火孪晶,而退火孪晶之间也有特定的取向关系,当不同 $\{111\}$ 面上的孪晶相遇就会衍生出多重孪晶界($\Sigma 9$ 和 $\Sigma 27$ 等)^[21,22]. 所以, $\Sigma 9$ 和 $\Sigma 27$ 晶界比例之和与 $\Sigma 3$ 孪晶比例应该有很好的对应关系,也就是说当 $\Sigma 3$ 比例高时, $\Sigma 9$ 和 $\Sigma 27$ 晶界比例之和也相对较高. 从图2给出的低 Σ CSL晶界比例随退火温度的变化曲线看出,对825合金冷拔变形3%,5%,7%和10%后,在不同温度退火10 min, $\Sigma 9$ 和 $\Sigma 27$ 晶界比例之和的变化趋势与 $\Sigma 3$ 晶界比例随退火温度的变化趋势相似. 试样经过3%冷拔变形后, $\Sigma 3$ 晶界的比例随退火温度的升高而下

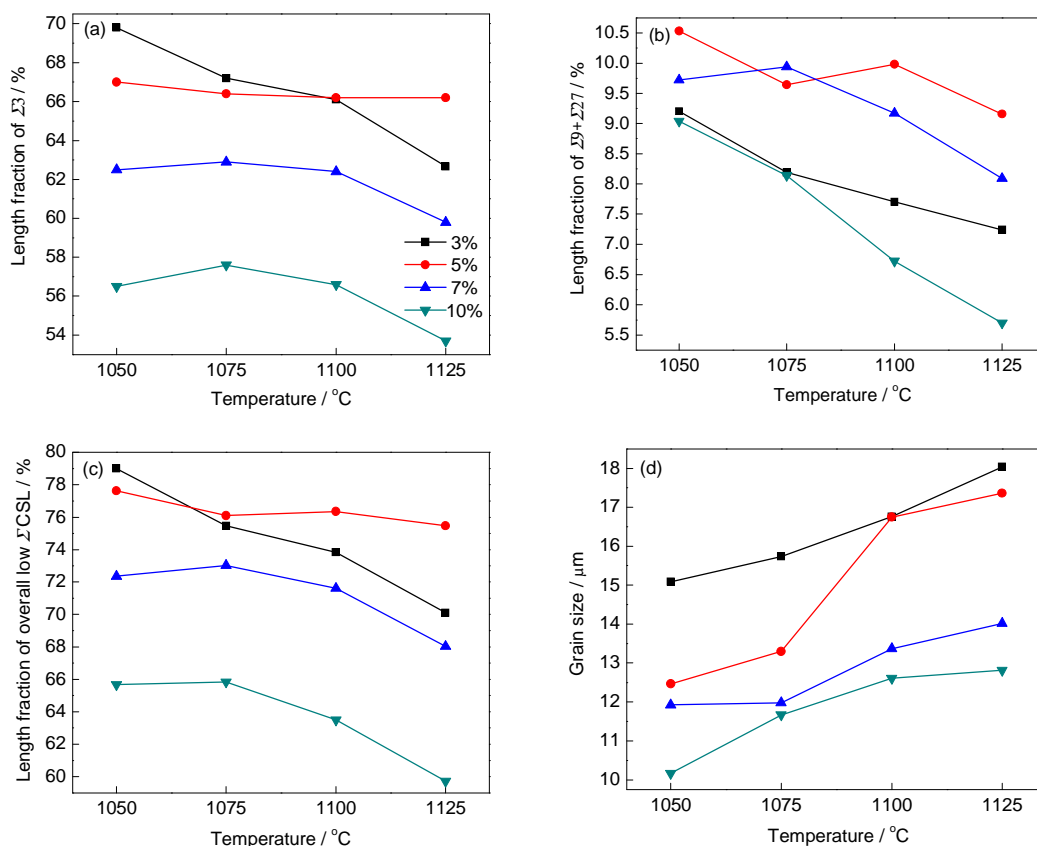


图2 冷拔变形量及退火温度对825合金晶界特征分布的影响

Fig.2 Effect of cold drawing deformation and annealing temperature on length fraction of $\Sigma 3$ (a), $\Sigma 9 + \Sigma 27$ (b), and overall low Σ CSL (c) and mean grain size (d) of 825 alloy

降. 同样, $\Sigma 9$ 和 $\Sigma 27$ 晶界比例之和也是随退火温度的升高而下降.

图 2d 给出了 825 合金平均晶粒尺寸随冷拔变形量和退火温度的变化曲线. 可以看出, 与固溶样品相比, 经过不同冷拔变形及退火处理后, 样品的晶粒尺寸均略有增长, 且随退火前冷拔变形量的增加而下降, 随退火温度的增加而增加. Chen 等^[23]在研究 95% 冷轧高纯 Ni 的退火孪晶随不同退火温度的演变时发现, 退火期间 $\Sigma 3$ 晶界比例的变化分为 2 个阶段, 在再结晶过程中 $\Sigma 3$ 晶界的比例随晶粒尺寸的增加而增加, 然而, 当再结晶完成后, 在随后的晶粒长大阶段, 由于形成新的小角晶界, 导致 $\Sigma 3$ 晶界的比例随着晶粒尺寸的进一步增大而显著下降. 在本实验中, 从图 2c 和 d 可以看出, 当试样经过 3%, 7% 和 10% 的冷拔变形后, 在 1050~1125 °C 退火时, 低 Σ CSL 晶界的比例随着晶粒尺寸的增加而下降; 但是, 当试样经过 5% 的冷拔变形及退火处理后, 低 Σ CSL 晶界的比例随着晶粒尺寸的明显增加并没有相应明显的变化.

多重孪晶充分发展是通过 GBE 处理控制晶界网络分布的关键, $(\Sigma 9 + \Sigma 27) / \Sigma 3$ 的比值越高, 多重孪晶发展的越充分. 图 3 给出了经不同冷拔变形及退火温度处理后 825 合金的 $(\Sigma 9 + \Sigma 27) / \Sigma 3$ 晶界比例之比. 样品经 3% 或 10% 冷拔变形后, 其 $(\Sigma 9 + \Sigma 27) / \Sigma 3$ 比值随着退火温度的升高逐渐降低, 而经 5% 或 7% 冷拔变形及不同温度退火处理后, 其 $(\Sigma 9 + \Sigma 27) / \Sigma 3$ 比值高于经 3% 或 10% 冷拔变形退火处理后的 $(\Sigma 9 + \Sigma 27) / \Sigma 3$ 比值, 在 1050~1125 °C 退火时, $(\Sigma 9 + \Sigma 27) / \Sigma 3$ 比值均保持较高, 说明 825 合金管材退火前经 5% 或 7% 的冷拔变形时多重孪晶发展的更为充分. 图 4 分别给出了经不同冷拔变形及退火温度处理后 825 合金的不同类型晶界图. 可以看到, 经 GBE 处理的样品中含有许多退火孪晶及其衍生的多重孪晶界, 并且彼此相连, 形成了大量的 $\Sigma 3^n$ 型三叉晶界 ($n=1, 2, 3, \dots$), 如此便形成了大尺寸“互有 $\Sigma 3^n$ 取向关系晶粒的团簇”显微组织为特征的晶界网络分布^[24,25], 以下简称为晶粒团簇, 如图 4a 中的 C1, C2, C3, C4. 在这些晶粒团簇内, 所有的晶粒无论是否相邻均具有 $\Sigma 3^n$ 的取向差关系, 从而形成了大量相互连接的 $\Sigma 3^n$ 类型的三叉晶界, 其中最主要的是 $\Sigma 3$ - $\Sigma 3$ - $\Sigma 9$ 和 $\Sigma 3$ - $\Sigma 9$ - $\Sigma 27$, 并且晶粒团簇与团簇之间基本是由随机晶界构成的. 图 5 中晶粒 1, 2 和 3 是团簇 C1 中任意不相邻的 3 个晶粒, HKL-Channel5 软件能够统计出扫描区域内每一个晶粒的平均取向 Euler 角, 从而计算出任

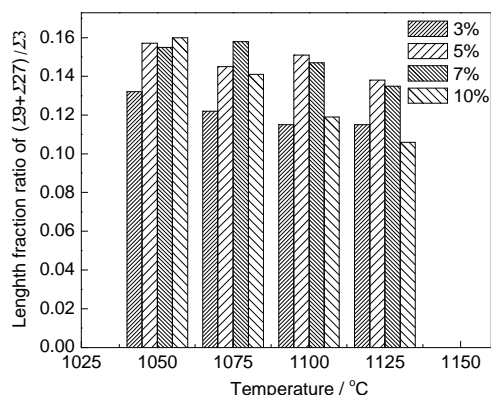


图 3 经不同冷拔变形量和退火温度处理后 $(\Sigma 9 + \Sigma 27) / \Sigma 3$ 晶界比值

Fig.3 Length fraction ratio of $(\Sigma 9 + \Sigma 27) / \Sigma 3$ in 825 alloy after different cold drawing deformation and annealing temperature treatment

意 2 个晶粒之间的取向关系, 取向关系用角轴对形式 θ [HKL] 和重位点阵的 Σ 值及其偏差角 $\Sigma / \Delta \theta$ 表达, 其中 θ 表示旋转角度, [HKL] 表示旋转轴, Σ 表示重位阵点密度的倒数, $\Delta \theta$ 表示实验中实际测量 CSL 取向关系与标准几何意义上的 CSL 取向关系之间的最大偏差角度. 经统计, 晶粒 1 和 2 之间的取向关系为 38.9° [411], $\Sigma 81b / 0.84^\circ$; 晶粒 1 和 3 的取向关系为 38.4° [011], $\Sigma 9 / 0.89^\circ$; 晶粒 2 和 3 的取向关系为 54.5° [$\bar{3}22$], $\Sigma 81c / 0.26^\circ$ (b, c 表示晶体轴旋转不同角度后得到相同值的 CSL 晶界), 表明它们之间均具有 $\Sigma 3^n$ 的取向差关系.

对比图 4a~d 可知, 试样经小变形量冷拔后在 1050 °C 再结晶退火, 低 Σ CSL 晶界比例得到不同程度的提高, 形成了大尺寸“互有 $\Sigma 3^n$ 取向关系晶粒的团簇”显微组织. 然而当冷拔变形量不同时, 晶粒团簇尺寸有明显差别. 图 6 给出了经 3%, 5%, 7% 和 10% 冷拔变形后在 1050 °C 退火处理样品的晶粒团簇尺寸. 冷拔变形 3% 后在 1050 °C 退火 10 min, 样品的低 Σ CSL 晶界比例最高, 所对应的晶粒团簇尺寸最大, 而冷拔变形 10% 后在 1050 °C 退火 10 min, 样品的低 Σ CSL 晶界比例低, 对应的晶粒团簇尺寸小. 随着退火前冷拔变形量的增加, 晶粒团簇尺寸不断下降, 低 Σ CSL 晶界比例不断降低, 但仍含有一些 $\Sigma 3^n$ 类型晶界. 大量的实验结果^[21,22,26,27]表明, 晶粒团簇在再结晶过程中从单一再结晶晶核开始长大, 然后在长大过程中通过形成一系列的退火孪晶及多重孪晶, 不同阶次孪晶之间长大相遇就形成了 $\Sigma 3^n$ 晶界. 材料变形之后, 外力所作的功会以畸变能的形式储存在材

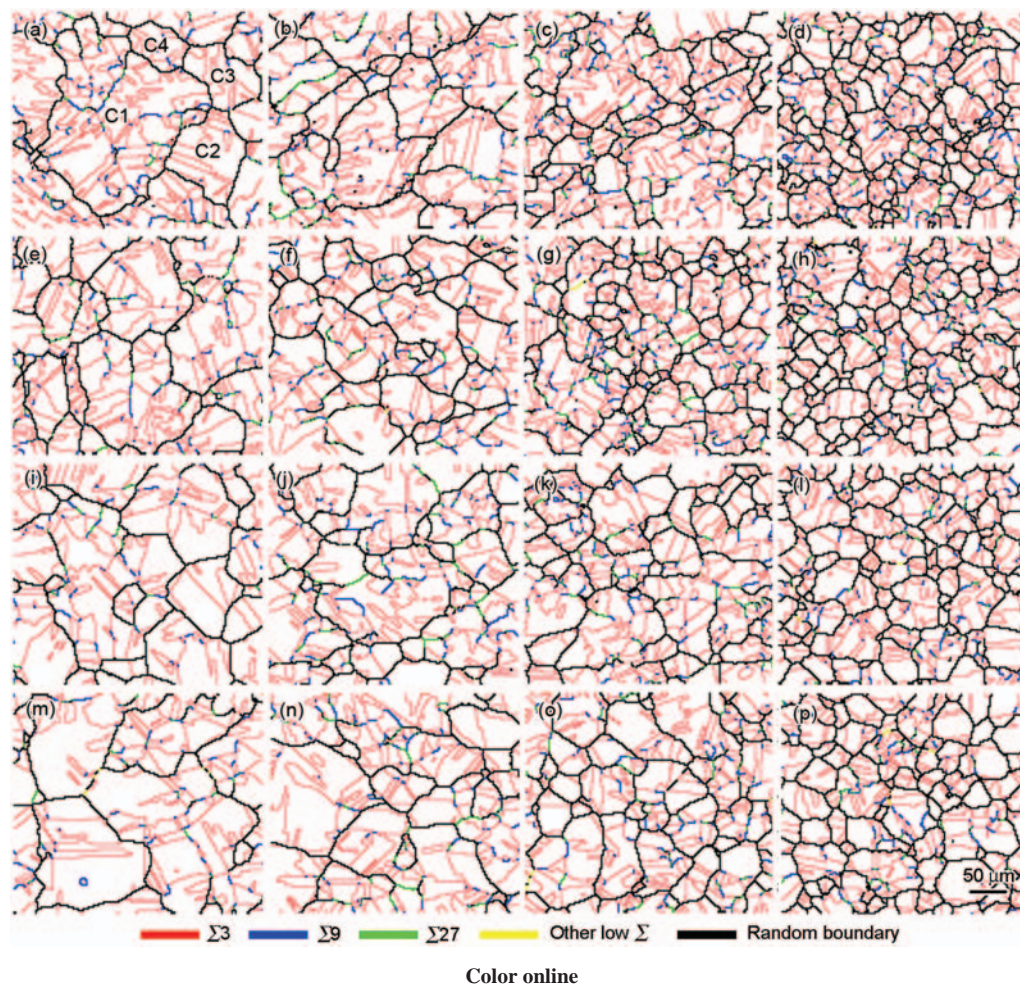


图4 经不同冷拔变形量及退火温度处理后的不同类型晶界图

Fig.4 Different character grain boundaries figures of 82S alloy after deformation at 3% (a, e, i, m), 5% (b, f, j, n), 7% (c, g, k, o), 10% (d, h, l, p) and heat treatment at 1050 °C (a~d), 1075 °C (e~h), 1100 °C (i~l) and 1125 °C (m~p)

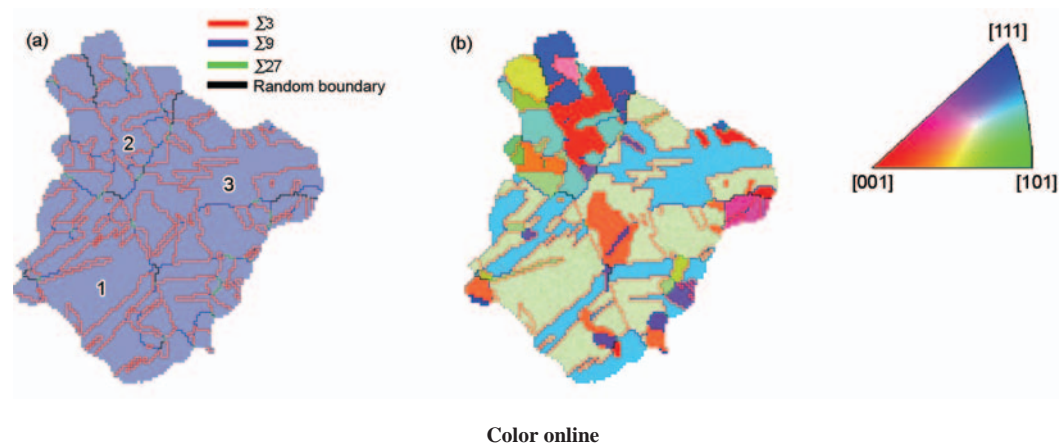


图5 图4a中晶粒团簇C1的不同类型晶界图和晶粒取向分布图

Fig.5 Different character grain boundaries figure (a) and orientation distribution of grains (b) of grain-cluster C1 in Fig.4a

料内部,经重新加热退火后会发生回复、再结晶和晶粒长大等过程.而再结晶是一种新的无畸变晶粒取代全部变形组织的过程,其驱动力是变形金属经回复后未被释放的储存能.在GBE处理过程

中,形变量较小的样品具有较少的形变储存能,因此在随后的退火过程中再结晶形核密度低,可供晶核长大的潜在空间较大.对于低层错能的fcc金属材料来说,在新生晶粒长大期间很容易形成退

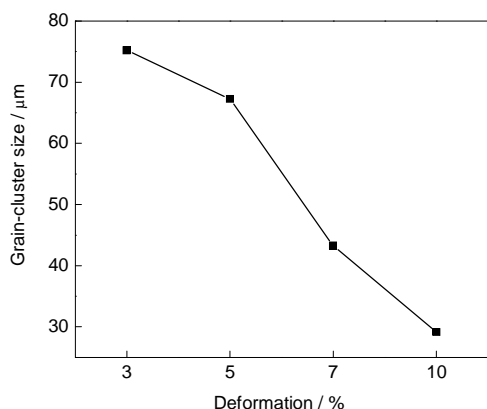


图6 冷拔变形量对 1050 °C 再结晶退火后 825 合金晶粒团簇尺寸的影响

Fig.6 Effect of cold drawing deformation on grain-cluster size of 825 alloy after annealing at 1050 °C

火孪晶. 再结晶晶粒长大时不断产生退火孪晶, 依次形成第一代孪晶、第二代孪晶和更高代次的孪晶, 从而构成很长的孪晶链^[21,22,26], 这样就能形成大量相互连接的 $\Sigma 3$ 晶界. 新生晶粒团簇不断吞噬变形基体并长大, 当吞并完变形基体后, 再结晶过程完成, 最终形成一定尺寸的晶粒团簇, 所以团簇内的所有晶粒不论是否相邻都保持 $\Sigma 3$ 的取向关系. 然而若形变量过大, 再结晶形核密度就很高, 供晶粒长大的空间就很小, 则难以形成大尺寸的晶粒团簇显微组织, 从而低 ΣCSL 晶界比例就比较低. 因此, 小变形量及高温退火能得到大尺寸的晶粒团簇, 获得高比例的低 ΣCSL 晶界.

3 结论

(1) 冷拔变形 5% 后在 1050 °C 再结晶退火 10 min, 825 合金中低 ΣCSL 晶界的比例显著提高, 同时形成大尺寸“互有 $\Sigma 3$ 取向差关系晶粒的团簇”, 团簇内的晶粒尺寸相对较小.

(2) 随着再结晶退火前冷拔变形量的增加, 晶粒团簇的尺寸减小, 退火孪晶的比例下降, 同时低 ΣCSL 晶界的比例也下降.

(3) 825 合金经 5% 冷拔变形处理后, 退火温度对其晶界特征分布的影响较小, 而经 3%, 7% 和 10% 冷拔变形处理后, 样品的低 ΣCSL 晶界比例随着退

火温度的升高呈下降趋势.

参考文献

- [1] Yang J F, Fan F X, Li M, Bai Y. *Develop Appl Mater*, 2009; 24(4): 26
(杨俊峰, 范芳雄, 李 墨, 白 杨. 材料开发与应用, 2009; 24(4): 26)
- [2] Feng Y, He D L, Gong D S, Li F, Wu J X. *J Chin Soc Corros Prot*, 2013; 33: 164
(冯 勇, 何德良, 龚德胜, 李 菲, 吴建新. 中国腐蚀与防护学报, 2013; 33: 164)
- [3] Shimada M, Kokawa H, Wang Z J, Sato Y S, Karibe I. *Acta Mater*, 2002; 50: 2331
- [4] Palumbo G, Erb U. *MRS Bull*, 1999; 24: 27
- [5] Watanabe T, Tsurekawa S. *Acta Mater*, 1999; 47: 4171
- [6] Kokawa H, Watanabe T, Karashima S. *Philos Mag*, 1981; 44A: 1239
- [7] Hong Y B, Kokawa H, Zhan J W. *Scr Mater*, 2003; 49: 219
- [8] Watanabe T. *Res Mech*, 1984; 11(1): 47
- [9] Palumbo G, Lehigh E M, Lin P. *JOM*, 1998; 50(2): 40
- [10] Cheung C, Erb U, Palumbo G. *Mater Sci Eng*, 1994; A185: 39
- [11] Lehigh E M, Palumbo G, Lin P. *Metall Mater Trans*, 1998; 29A: 3069
- [12] Palumbo G. *US Pat*, 5702543, 1997
- [13] Thomson C B, Randle V. *J Mater Sci*, 1997; 32: 1909
- [14] Fang X Y, Wang W G, Cai Z X, Qin C X, Zhou B X. *Mater Sci Eng*, 2010; A527: 1571
- [15] Xia S, Li H, Liu T G, Zhou B X. *J Nucl Mater*, 2011; 416: 303
- [16] Kumar M, King W E, Schwartz A J. *Acta Mater*, 2000; 48: 2081
- [17] Ding X, Chen W J. *Shanghai Metall*, 2006; 28(4): 14
(丁 霞, 陈文觉. 上海金属, 2006; 28(4): 14)
- [18] Palumbo G, Aust K T. *Acta Metall*, 1990; 38: 2343
- [19] Liu T G, Xia S, Li H, Zhou B X, Bai Q, Su C, Cai Z G. *J Mater Res*, 2013; 28: 1165
- [20] Liu T G, Xia S, Li H, Zhou B X, Bai Q. *Mater Charact*, 2014; 91: 89
- [21] Kopecky C V, Andreeva A V, Sukhomlin G D. *Acta Metall Mater*, 1991; 39: 1603
- [22] Gottstein G. *Acta Met*, 1984; 32: 1117
- [23] Chen X P, Li L F, Sun H F, Wang L X, Liu Q. *Mater Sci Eng*, 2015; A622: 108
- [24] Xia S, Zhou B X, Chen W J. *J Mater Sci*, 2008; 43: 2990
- [25] Xia S, Zhou B X, Chen W J. *Metall Mater Trans*, 2009; 40A: 3016
- [26] Berger A, Wilbrandt P J, Ernst F. *Prog Mater Sci*, 1988; 32: 1
- [27] Liu T G, Xia S, Li H, Zhou B X, Bai Q. *Mater Lett*, 2014; 133: 97

(责任编辑: 罗艳芬)